

WYROBY PRZEMYSŁU CHEMICZNEGO	NORMA BRANŻOWA	BN-82
	Odczynniki Cyna	6191-173
		Grupa katalogowa 1051

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest cyna granulowana, cyna w laskach i cyna proszek stosowana jako odczynnik chemiczny.

Cyna ma:

- a) wzór chemiczny - Sn,
- b) masę molową - 118,69 g/mol.

1.2. Zakres stosowania normy. Normę należy stosować w zakresie produkcji i obrotu.

2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

2.1. Gatunki. W zależności od zawartości głównego składnika i zanieczyszczeń w normie ustala się dwa gatunki cyny oznaczone:

- cz. d. a. - czysty do analizy,
- cz. - czysty.

2.2. Przykład oznaczenia cyny granulowanej czystej do analizy:

CYNA cz. d. a. BN-82/6191-173

3. WYMAGANIA

3.1. Wymagania ogólne. Cyna metaliczna powinna mieć postać srebrzystobiałego miękkiego metalu, topiącego się w temperaturze 231 °C rozpuszczalnego w gorącym kwasie solnym z wytworzeniem chlorku cynawego.

3.2. Wymagania fizyczne i chemiczne - wg tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki	
	cz. d. a.	cz.
a) Żelaza (Fe^{3+}), %, nie więcej niż	0,01	0,01
b) Ołowiu (Pb^{2+}), %, nie więcej niż	0,02	0,04
c) Miedzi (Cu^{2+}), %, nie więcej niż	0,003	0,01
d) Cynku (Zn^{2+}), %, nie więcej niż	0,002	0,005
e) Arsenu (As), %, nie więcej niż	0,0001	0,002
f) Antymonu (Sb^{3+}), %, nie więcej niż	0,02	0,02
g) Bizmutu (Bi^{3+}), %, nie więcej niż	0,01	0,01

4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

Cynę należy pakować, przechowywać i transportować zgodnie z PN-70/C-80001.

Rodzaj opakowania: słoiki szklane z nakrętką z tworzywa sztucznego z polietylenową lub inną, chemicznie odporną uszczelką.

Masa opakowań netto:

- cyna granulowana - 25, 100, 250 g,
- cyna w laskach - 100, 250 g.

Zgłoszona przez Polskie Odczynniki Chemiczne
Ustanowiona przez Dyrektora Przedsiębiorstwa Przemysłowo-Handlowego Polskie Odczynniki Chemiczne
dnia 23 lipca 1982 r. jako norma obowiązująca od dnia 1 kwietnia 1983 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 17/1982 poz. 34)

Na życzenie odbiorców dopuszcza się inny rodzaj i wielkość opakowania, jeżeli przeprowadzone próby wykazują, że zabezpiecza ono produkt w sposób nie gorszy niż ww. opakowania i ma wymiary zgodne z zasadami systemu wymiarowego opakowań.

5. BADANIA

5.1. Rodzaje badań

- a) oznaczanie zawartości żelaza (3.2a),
- b) oznaczanie zawartości ołowiu (3.2b),
- c) oznaczanie zawartości miedzi (3.2c),
- d) oznaczanie zawartości cynku (3.2d),
- e) oznaczanie zawartości arsenu (3.2e),
- f) oznaczanie zawartości antymonu (3.2f),
- g) oznaczanie zawartości bizmutu (3.2g).

5.2. Pobieranie próbek. Przy pobieraniu próbek odczynnika cz. d. a. należy stosować wytyczne wg PN-70/C-80047.

Pobieranie próbek odczynnika w gatunku cz. - wg PN-67/C-04500; przyjmuje się:

- a) wielkość partii - 500 kg,
- b) wielkość próbki pierwotnej - 200 g,
- c) liczbę próbek jednostkowych - wg tabl. 2,
- d) wielkość próbki ogólnej - równą iloczynowi wielkości próbki pierwotnej i liczby próbek jednostkowych,
- e) wielkość średniej próbki laboratoryjnej - 200 g.

Tablica 2

Liczba opakowań jednostkowych partii	Liczba próbek jednostkowych
do 15	5
16 ÷ 25	7
26 ÷ 63	8
64 ÷ 100	9
powyżej 100	10

5.3. Opis badań

5.3.1. Oznaczanie zawartości żelaza (Fe^{3+})

5.3.1.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-81/C-04521.03 p. 4 oraz:

- a) Mieszanina bromu i kwasu bromowodorowego składająca się z 3,2 ml bromu cz. d. a. i 22 ml kwasu bromowodorowego cz. d. a. (1,38).
- b) Kwas solny cz. d. a. (1,19 i 1,12).
- c) Kwas azotowy cz. d. a. (1,4).
- d) Woda królewska (3 części kwasu solnego 1,19 i 1 część kwasu azotowego 1,4).

5.3.1.2. Wykonanie oznaczania. 5,00 g badanej cyny zalać w parownicy porcelanowej lub kwarcowej 20 ml mieszaniny bromu i kwasu bromowodorowego. Mieszać do całkowitego rozpuszczenia się próbki, a następnie odparować

na łaźni wodnej do sucha. Odparowanie z dodatkiem 20 ml mieszaniny powtarzać do momentu całkowitego odpędzenia cyny. Zawartość parownicy lekko przepażyć nie przekraczając temperatury 200 °C. Jednocześnie przygotować roztwór kontrolny zawierający te same ilości odczynników co próbka badana.

Do pozostałości dodać 3 ml wody królewskiej i odparować do sucha. Pozostałości rozpuścić w 2,5 ml kwasu solnego (1,12) i 10 ml wody i przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 ml; w razie potrzeby roztwór przesączyć. Uzupełnić roztwór wodą do kreski i wymieszać.

Roztwór A. Sączek przed sączeniem przemyć kwasem solnym do zaniku reakcji na jon żelazowy (próba z rodanidem amonowym), a następnie wodą do reakcji obojętnej na papierki uniwersalny. 5 ml (0,25 g) roztworu A przenieść do kolby pojemności 50 ml, rozcieńczyć wodą do objętości 25 ml, doprowadzić pH roztworu do 1 i dalej prowadzić oznaczanie wg PN-81/C-04521.03 p. 6a) i p. 9.

Badana cyna odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia powstałego w roztworze porównawczym, przygotowanym równocześnie i zawierającym w tej samej objętości te same ilości odczynnika:

- dla odczynnika cz. d. a. - 0,025 mg Fe^{3+} ,
- dla odczynnika cz. - 0,025 mg Fe^{3+} .

Roztwór A zachować do oznaczania zawartości ołowiu wg 5.3.2, miedzi wg 5.3.3 oraz cynku wg 5.3.4.

5.3.2. Oznaczanie zawartości ołowiu (Pb^{2+})

5.3.2.1. Odczynniki i roztwory. Roztwór wzorcowy zawierający jony Pb^{2+} , przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.46b), rozcieńczony wodą 10 + 90.

1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-4}$ g Pb^{2+} .

5.3.2.2. Aparatura

- a) Spektrofotometr adsorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.
- b) Lampa ołowiowa z katodą wnątkową.

5.3.2.3. Warunki fotometrycznego oznaczania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym w optymalnych warunkach ustalonych dla stosowanego aparatu.

Ołów należy oznaczać przy długości fali 217,0 nm.

Przyrząd do oznaczania należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi. Optymalne warunki pomiaru absorbancji ołowiu dla spektrofotometru PYE Unicam SP90 A są następujące:

- przepływ powietrza - 5,0 l/min,
- przepływ acetylenu - 1,0 l/min,
- natężenie prądu lampy - 4 mA,

szerokość szczeliny - 0,1 mm,
wysokość strefy pomiarowej - 4 mm.

5.3.2.4. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. Do sześciu kolb pomiarowych pojemności 100 ml odmierzyć kolejno 1,0, 2,0, 4,0, 6,0, 8,0 i 10 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego ołowiu, dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać.

Stężenie ołowiu w poszczególnych kolbkach wynosi $1 \cdot 10^{-6}$, $2 \cdot 10^{-6}$, $4 \cdot 10^{-6}$, $6 \cdot 10^{-6}$, $8 \cdot 10^{-6}$ i $1 \cdot 10^{-5}$ g/ml.

Zmierzyć absorbancję ołowiu w sporządzonych roztworach, a z uzyskanych wyników sporządzić wykres krzywej wzorcowej.

5.3.2.5. Wykonanie oznaczania. 20 ml roztworu A, przygotowanego w 5.3.1.2, wprowadzić do kolby pomiarowej pojemności 50 ml, uzupełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać (roztwór B).

Zmierzyć absorbancję ołowiu w tak przygotowanym roztworze, w warunkach podanych w 5.3.2.3.

Zawartość ołowiu (X) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X = \frac{a \cdot V \cdot 100}{m} \quad (1)$$

w którym:

a - stężenie ołowiu odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,
 V - objętość roztworu próbki przygotowanej do pomiaru, ml,
 m - odważka badanej, cyny, g.

5.3.3. Oznaczanie zawartości miedzi (Cu^{2+})

5.3.3.1. Aparatura

a) Spektrofotometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa miedziowa z katodą wnątkową.

5.3.3.2. Odczynniki i roztwory. Roztwór wzorcowy zawierający jony Cu^{2+} , przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.42, rozcieńczony wodą w stosunku 10 : 990. 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera $1 \cdot 10^{-5}$ g Cu^{2+} .

5.3.3.3. Warunki fotometrowania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym, w optymalnych warunkach ustalonych dla stosowanego aparatu.

Miedź należy oznaczać przy długości fali 329,7 nm.

Przyrząd do oznaczania należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi. Optymalne warunki pomiaru absorbancji miedzi dla spektrofotometru PYE Unicam SP90A są następujące:

przepływ powietrza - 5,0 l/min,
przepływ acetylenu - 1,0 l/min,
natężenie prądu lampy - 4 mA,
szerokość szczeliny - 0,08 mm,
wysokość strefy pomiarowej - 6 mm.

5.3.3.4. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 50 ml od-

mierzyć kolejno 0,5; 1,0; 2,0; 4,0 i 6,0 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego, dopełnić wodą do kreski i dokładnie wymieszać. Stężenie miedzi w poszczególnych kolbach wynosi $1 \cdot 10^{-7}$, $2 \cdot 10^{-7}$, $4 \cdot 10^{-7}$, $8 \cdot 10^{-7}$, $1,2 \cdot 10^{-6}$ g/ml.

Zmierzyć absorbancję miedzi w przygotowanych roztworach, a z uzyskanych wyników sporządzić wykres krzywej wzorcowej.

5.3.3.5. Wykonanie oznaczania. Dla gatunku cz. d. a. zmierzyć absorbancję miedzi w roztworze B przygotowanym wg 5.3.2.5, w warunkach podanych w 5.3.3.3.

Dla gatunku cz. zmierzyć absorbancję miedzi w roztworze przygotowanym przez rozcieńczenie roztworu A wodą w stosunku 1 : 10.

Zawartość miedzi (X_1) w procentach obliczyć wg wzoru

$$X_1 = \frac{a_1 \cdot V \cdot V_2 \cdot 100}{m_1 \cdot V_1} \quad (2)$$

w którym:

a_1 - stężenie miedzi odczytane z krzywej wzorcowej, g/ml,

V - objętość roztworu, w której znajduje się odważka próbki, ml,

V_2 - objętość roztworu, do której rozcieńczono V_1 , ml,
 m_1 - odważka badanej cyny, g,

V_1 - objętość roztworu A pobrana z objętości V , ml.

5.3.4. Oznaczanie zawartości cynku (Zn^{2+})

5.3.4.1. Aparatura

a) Spektrofotometr absorpcji atomowej z kompletnym wyposażeniem.

b) Lampa cynkowa z katodą wnątkową.

5.3.4.2. Odczynniki i roztwory

a) Roztwór wzorcowy zawierający jony Zn^{2+} , przygotowany w sposób następujący: 1,2446 g ZnO (złota pieczęć) rozpuścić w 10 ml kwasu azotowego (1,15), przenieść ilościowo do kolby pomiarowej pojemności 100 ml, rozcieńczyć wodą do kreski i dokładnie wymieszać. 1 ml roztworu zawiera $1 \cdot 10^{-3}$ g Zn^{2+} . Roztwór ten rozcieńczyć $1 \cdot 10^{-3}$ N roztworem kwasu azotowego; 1 ml otrzymanego roztworu zawiera $1 \cdot 10^{-5}$ Zn^{2+} .

b) Kwas azotowy cz. d. a. (1,15).

c) Kwas azotowy cz. d. a. roztwór $1 \cdot 10^{-3}$ N.

5.3.4.3. Warunki fotometrowania. Oznaczanie należy wykonać w płomieniu acetylenowo-powietrznym w optymalnych warunkach ustalonych dla stosowanego aparatu.

Cynk należy oznaczać przy długości fali 213,9 nm. Przyrząd do oznaczania należy przygotować zgodnie z instrukcją obsługi.

Optymalne warunki pomiaru absorbancji cynku dla spektrofotometru PYE Unicam SP90A są następujące:

przepływ powietrza - 5,0 l/min,
przepływ acetylenu - 1,1 l/min,
natężenie prądu lampy - 8 mA,

szerokość szczeliny - 0,10 mm,
wysokość strefy pomiarowej - 8 mm.

5.3.4.4. Przygotowanie skali wzorców i krzywej wzorcowej. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 100 ml wprowadzić kolejno 2,0, 4,0, 8,0 i 10,0 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego cynku, uzupełnić $1 \cdot 10^{-3}$ N roztworem kwasu azotowego do kreski i dokładnie wymieszać. Stężenie cynku w poszczególnych kolbach wynosi $2 \cdot 10^{-7}$, $4 \cdot 10^{-7}$, $6 \cdot 10^{-7}$, $8 \cdot 10^{-7}$ i $1 \cdot 10^{-6}$ g/ml. Zmierzyć absorbancję cynku w sporządzonych roztworach, a z uzyskanych wyników sporządzić wykres krzywej wzorcowej.

5.3.4.5. Wykonanie oznaczania. Zmierzyć absorbancję cynku w roztworze B przygotowanym wg 5.3.2.5, w warunkach podanych w 5.3.4.3. W identycznych warunkach zmierzyć absorbancję cynku w ślepej próbce. Zawartość cynku (X_2) w procentach obliczyć wg wzoru

$$X_2 = \frac{a_2 \cdot V \cdot V_2 \cdot 100}{m_2 \cdot V_1} \quad (3)$$

w którym:

- a_2 - stężenie cynku odczytane z krzywej wzorcowej po uwzględnieniu stężenia cynku w próbce ślepej, g/ml,
- V - objętość roztworu, w której znajduje się odważka próbki, ml,
- V_2 - objętość roztworu, do której rozcieńczono objętość V_1 , ml,
- m_2 - odważka badanej cyny, g,
- V_1 - objętość roztworu A pobrana z objętości, V , ml,

5.3.5. Oznaczenie zawartości arsenu (As)

5.3.5.1. Odczynniki i roztwory - wg PN-81/C-04511 p. 2.3.3 oraz kwas azotowy cz. d. a. (1,4) i (1,15).

5.3.5.2. Aparatura i przyrządy - wg PN-81/C-04511 p. 2.3.2.

5.3.5.3. Wykonanie oznaczania. 10,00 g badanej cyny przenieść do zlewki pojemności 200 ml, zadać 85 ml kwasu azotowego (1,4) i pozostawić do całkowitego rozpuszczenia i wydzielenia się kwasu metacynowego. Następnie zawartość zlewki odparować do sucha.

Suchą pozostałość zadać 10 ml kwasu azotowego (1,15), wymieszać, dodać 90 ml wody i powtórnie wymieszać i przesączyć.

50 ml (5,00 g cyny) przesącza dla gatunku cz.d.a. i 5 ml (0,5 g) przesącza dla gatunku cz. przenieść do aparatu do oznaczania arsenu i wykonać oznaczenie wg PN-81/C-04511 p. 2.3.6. Badana cyna odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie papierka bromortęciowego próbki, badanej nie jest intensywniejsze niż powstałe za-

barwienie papierka bromortęciowego próbki wzorcowej, zawierające te same ilości odczynników oraz:

- dla odczynnika cz. d. a. - 0,005 mg As,
- dla odczynnika cz. - 0,01 mg As.

5.3.6. Oznaczenie zawartości antymonu (Sb^{3+})

5.3.6.1. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas siarkowy cz. d. a. (1,84) i roztwór 3 % (m/m).
- b) Kwas solny cz. d. a. (1,19) i roztwory (1+1), (1+9).
- c) Siarczan cerowy cz. d. a., roztwór przygotowany w następujący sposób: 3,30 g siarczanu cerowego rozpuścić ogrzewając w 100 ml 3 % (m/m) roztworu kwasu siarkowego i przesączyć.
- d) Chlorowodorek hydroksyloaminy cz. d. a. 10 % (m/m) roztwór
- e) Rodamina B cz. d. a., roztwór 0,2 % (m/m) w kwasie solnym (1+9).
- f) Pirosiarczyn sodowy cz. d. a., roztwór 1 % (m/m).
- g) Eter izopropylowy cz. d. a.
- h) Roztwór wzorcowy zawierający jony antymonu, przygotowany wg PN-81/C-06503 p. 2.2.1.2 i rozcieńczony 10 ± 990 , 1 ml, rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,01 mg Sb^{3+} .

5.3.6.2. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do rozdzielaczy pojemności 150 ± 200 ml przenieść kolejno z mikrobiurety 0, 0,2, 0,8, 0,1, 1,5 ml roztworu wzorcowego i uzupełnić roztworem kwasu solnego (1,19) do objętości 5 ml. Dodać 5 ml wody, 0,5 ml roztworu pirosiarczyny sodowej. Roztwór ochłodzić do $25^\circ C$, dodać 3 ml roztworu siarczanu cerowego i 0,5 ml roztworu chlorowodoru hydroksyloaminy. Roztwór zostawić do odbarwienia (zredukowania ceru) i rozcieńczyć wodą do objętości około 60 ml.

Roztwór zadać 10 ml eteru izopropylowego i wytrząsać przez 30 s. Po rozdzieleniu się warstw fazę wodną odrzucić.

Warstwę eterową przemyć dwukrotnie 2 ml roztworu kwasu solnego (1,19), odrzucając za każdym razem warstwę wodną, następnie dodać 2 ml roztworu rodminy B i wytrząsać w ciągu 10 s.

Po rozdzieleniu się warstw odrzucić fazę wodną, a ekstrakt eterowy przenieść do zlewki pojemności 25 ml. Zmierzyć absorbancję roztworów w kuwetach 1 cm, przy długości fali 550 nm, stosując próbę kontrolną jako odnośnik. Z otrzymanych wyników wykreślić krzywą wzorcową zależności wartości absorbancji i ilości mg antymonu.

5.3.6.3. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanej cyny rozpuścić w 15 ml kwasu siarkowego 1,84 w zlewce pojemności 150 ml, lekko ogrzewając i po rozpuszczeniu się próbki roztwór ochłodzić, dodać 30 ml wody i 50 ml kwasu solnego (1,19). Roztwór przenieść do kolby pomiarowej pojemności 100 ml i po ochłodzeniu rozcieńczyć wodą do

kreski i dobrze wymieszać. Pobrać 5 ml roztworu (0,05 g), przenieść do rozdzielacza pojemności 150 ml i rozcieńczyć kwasem solnym 1 + 1 do objętości 10 ml (5 ml). Dodać 0,5 ml roztworu pirosiarczynu sodowego i ochłodzić do 25 °C.

Następnie dodać 3 ml roztworu siarczynu cerowego 0,5 ml roztworu chlorowodoru hydroksyloaminy, odstawić do odbarwienia się roztworu (zredukowanie ceru) i rozcieńczyć wodą do objętości około 60 ml. Dodać 10 ml eteru izopropylowego i wytrząsać przez 30 s. Po rozdzieleniu się faz, fazę wodną odrzucić.

Następnie dodać 2 ml roztworu rodaniny B i wytrząsać w ciągu 10 s. Jeżeli po rozwarstwieniu faza wodna jest bezbarwna (powinna być czerwona) należy dodać powtórnie roztwór rodaniny B. Po rozdzieleniu się warstw fazę wodną odrzucić i dalej postępować tak jak przy przygotowaniu krzywej wzorcowej.

Stężenie antymonu w badanym roztworze odczytać z krzywej wzorcowej. Zawartość antymonu (X_3) w badanej cynie obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{a_3 \cdot 100 \cdot 100}{m_3 \cdot 5 \cdot 1000} = \frac{a_3 \cdot 2}{m_3} \quad (4)$$

w którym:

a_3 – stężenie antymonu odczytane z krzywej wzorcowej, mg,

m_3 – odważka badanej cyny, g,

Dopuszcza się porównanie wizualne.

Badana cyna odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie warstwy eterowej próbki badanej nie jest intensywniejsze niż powstałe zabarwienie warstwy eterowej roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz. d. a. – 0,01 mg Sb^{3+} ,

dla odczynnika cz. – 0,01 mg Sb^{3+} .

5.3.7. Oznaczanie zawartości bizmutu (Bi^{3+})

5.3.7.1. Odczynniki i roztwory

a) Kwas azotowy cz. d. a. (1,4) i roztwór (2 + 23).

b) Kwas solny cz. d. a. (1,19).

c) Woda królewska (3 części kwasu solnego 1,19 i 1 część kwasu azotowego 1,4).

d) Kwas winowy cz. d. a., roztwór 20 % (m/m).

e) Tiomocznik cz. d. a., roztwór 10 % (m/m) świeżo przygotowany i przesączony przez gęsty sączek.

f) Roztwór wzorcowy zawierający jon bizmutu, przygotowany wg PN-81/C-06503 2.2.1.9 i rozcieńczony 10 + 90; 1 ml rozcieńczonego roztworu wzorcowego zawiera 0,1 mg Bi^{3+} .

5.3.7.2. Przygotowanie krzywej wzorcowej. Do siedmiu zlewek pojemności 100 ml dodać 5 ml roztworu kwasu winowego, 7 ml wody królewskiej i ogrzewać do całkowitego rozłożenia wody królewskiej. Zawartość zlewki przenieść kolejno do kolb pomiarowych pojemności 50 ml i dodać kolejno z tiomocznikiem 0, 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 ml roztworu wzorcowego zawierającego jony bizmutu.

Dodać 20 ml roztworu tiomocznika, dopełnić wodą do kreski i wymieszać.

Po upływie 15 min, zmierzyć absorbancję roztworów w kuwetach o przekroju warstwy pochłaniającej 1 cm, przy długości fali 465 nm, stosując próbę kontrolną jako odświeżnik. Z otrzymanych wyników wykreślić krzywą wzorcową zależności wartości absorbancji i ilości bizmutu w mg.

5.3.7.3. Wykonanie oznaczania. 1,00 g badanej cyny umieścić w zlewce pojemności 100 ml, dodać 5 ml roztworu kwasu winowego, 7 ml wody królewskiej i rozpuścić lekko ogrzewając. Po rozpuszczeniu przenieść zawartość zlewki do kolby pomiarowej pojemności 50 ml, ścianki zlewki spuścić 10 ml roztworu kwasu azotowego (2 + 23).

Do kolb dodać 20 ml roztworu tiomocznika, uzupełnić wodą do kreski i wymieszać. Po upływie 15 min roztwór przesączyc, odrzucając pierwsze ml przesączu.

Wykonać pomiar absorbancji przesączonego roztworu w sposób analogiczny jak przy przygotowaniu krzywej wzorcowej.

Przygotować jednocześnie próbę kontrolną zawierającą te same ilości odczynników co próbka badana i uwzględnić ją przy pomiarze absorbancji. Stężenie bizmutu w badanym roztworze odczytać z krzywej wzorcowej.

Zawartość bizmutu (X_4) w badanej cynie obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{a_4 \cdot 100}{m_4 \cdot 1000} = \frac{a_4}{m_4 \cdot 10} \quad (5)$$

w którym:

a_4 – stężenie bizmutu odczytane z krzywej wzorcowej, mg,

m_4 – odważka badanej cyny, g.

Dopuszcza się porównanie wizualne.

Badana cyna odpowiada wymaganiom normy, jeżeli powstałe zabarwienie roztworu badanego nie będzie intensywniejsze od zabarwienia roztworu porównawczego, przygotowanego równocześnie i zawierającego w tej samej objętości te same ilości odczynników oraz:

dla odczynnika cz. d. a. – 0,1 mg Bi^{3+} ,

dla odczynnika cz. – 0,1 mg Bi^{3+} .

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę - Przedsiębiorstwo Przemysłowo-Handlowe Polskie Odczynniki Chemiczne, Gliwice.

2. Istotne zmiany w stosunku do PN-54/C-80059

a) zawyżono dopuszczalną zawartość ołowiu dla gatunku cz.d.a., cz., żelaza dla gatunku cz.d.a., arsenu dla gatunku cz.d.a., cz. oraz cynku dla gatunku cz., miedzi dla gatunku cz.,

b) wprowadzono oznaczanie bizmutu i antymonu,

c) zmieniono metody oznaczania ołowiu, cynku i miedzi.

Dotychczas obowiązująca PN-54/C-80059 zostaje unieważniona z dniem 1 kwietnia 1983 r.

3. Normy związane

PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowywania próbek

PN-81/C-04511 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości arsenu

PN-81/C-04521.03 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawartości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem tiocyjanianu rodanku amonowego

PN-81/C-06503 Analiza chemiczna. Przygotowanie roztworów do kolorymetrii i nefelometrii

PN-70/C-80001 Odczynniki. Pakowanie, przechowywanie i transport

PN-70/C-80047 Odczynniki. Wytyczne pobierania próbek i przygotowania średniej próbki laboratoryjnej

4. Symbol wg SWW

cz.d.a. - 1331-11,

cz. - 1331-42.